

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

Yamamoto et al
Filed 4/25/01
Q64166
20f20

JC903 U.S. PTO

09/840917



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 9月 4日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-266642

出 願 人

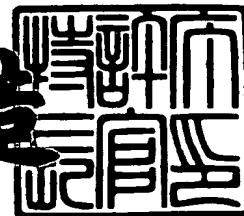
Applicant (s):

住友化学工業株式会社

2001年 3月 9日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3017320

【書類名】 特許願

【整理番号】 P151973

【提出日】 平成12年 9月 4日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B02C 17/000
B02C 17/018
B02C 17/020
C01F 7/002

【発明者】

【住所又は居所】 愛媛県新居浜市惣開町 5 番 1 号 住友化学工業株式会社
内

【氏名】 山本 浩二

【発明者】

【住所又は居所】 愛媛県新居浜市惣開町 5 番 1 号 住友化学工業株式会社
内

【氏名】 竹内 美明

【特許出願人】

【識別番号】 000002093

【氏名又は名称】 住友化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100093285

【弁理士】

【氏名又は名称】 久保山 隆

【電話番号】 06-6220-3404

【選任した代理人】

【識別番号】 100094477

【弁理士】

【氏名又は名称】 神野 直美

【電話番号】 06-6220-3404

【選任した代理人】

【識別番号】 100113000

【弁理士】

【氏名又は名称】 中山 亨

【電話番号】 06-6220-3404

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010238

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9903380

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 無機酸化物粉末の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 無機酸化物 1 0 0 容量部と空気および窒素から選ばれる気体 2 5 0 0 0 ~ 1 6 0 0 0 0 容量部とを乾式粉碎機の粉碎室内に連続導入して粉碎することを特徴とする無機酸化物粉末の製造方法。

【請求項 2】 無機酸化物が酸化アルミニウムである請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】 気体が空気供給装置から配管を介して粉碎室内へ導入される請求項 1 または 2 記載の方法。

【請求項 4】 乾式粉碎機が転動ボールミル、振動ボールミル、遊星ボールミルおよび攪拌ミルから選ばれる請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は無機酸化物粉末の製造方法に関するものであり、詳細には、セラミックス原料として好適な無機酸化物粉末の製造方法に関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、窒化アルミニウムのような無機酸化物は、セラミックスの原料として知られている。これらの無機酸化物粉末は成形され、次いで焼結させられて高密度セラミックスとなる。無機酸化物は、高密度のセラミックスが得られることから、通常、粒度調整された粉末として提供されている。

【 0 0 0 3 】

無機酸化物の粒度調整法の一つに乾式粉碎法が知られ、広範囲に使用されている。乾式粉碎のための各種乾式粉碎機が開発され市販もされている。

【 0 0 0 4 】

市販の乾式粉碎機を用いて無機酸化物を粉碎する場合、粉末を成形し焼結して得られるセラミックスの密度が低下することがあった。また、乾式粉碎機の粉碎

室内に無機酸化物が堆積し、連続して粉碎を行うことが困難になることがあった。

【0 0 0 5】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、高密度セラミックスの原料となる無機酸化物粉末を連続して製造することができる方法を提供することにある。

【0 0 0 6】

本発明者等は、乾式粉碎機を用いる無機酸化物粉末の製造方法について検討した結果、本発明を完成するに至った。

【0 0 0 7】

【課題を解決するための手段】

すなわち本発明は、無機酸化物 1 0 0 容量部と空気および窒素から選ばれる気体 2 5 0 0 0 ~ 1 6 0 0 0 0 容量部とを乾式粉碎機の粉碎室内に連続導入して粉碎することを特徴とする無機酸化物粉末の製造方法を提供するものである。

【0 0 0 8】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を更に詳細に説明する。セラミックス用無機酸化物の粒度調整法として乾式粉碎機を用いる方法は公知であるが、本発明では、乾式粉碎機に被粉碎物である無機酸化物と気体とを特定の割合で連続的に導入しながら、無機酸化物の粉碎が行われる。これによって、高密度セラミックスの原料として好適な無機酸化物粉末が得られる。無機酸化物としては、例えば、酸化アルミニウム (Al_2O_3 、密度 3.99 g/cm^3)、酸化ジルコニウム (ZrO_2 、密度 5.68 g/cm^3)、酸化マグネシウム (MgO 、密度 3.53 g/cm^3) 等が挙げられ、中でも酸化アルミニウムの適用が推奨される。無機酸化物の BET 比表面積は通常 $1 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上、好ましくは $3 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上であり、 $70 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下、さらには $30 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下であることが適当である。

【0 0 0 9】

無機酸化物とともに導入される気体としては、空気または窒素が用いられる。もちろん、空気に窒素を混合して、酸素に対する窒素の割合を空気より大きくし

た混合気体を用いてもよい。特に、露点が 0°C 以下、さらには -30°C 以下の空気または窒素の適用が推奨される。乾式粉碎機の粉碎室内への気体の導入量は、無機酸化物100容量部に対し25000容量部以上、また160000容量部以下、好ましくは100000容量部以下である。気体の導入量が25000容量部より少ないと、得られる無機酸化物粉末を成形し、焼結して得られるセラミックスの密度が低下する。さらに、乾式粉碎機の粉碎室内での無機酸化物の流動化を促進する効果が十分でなく、粉碎室内に無機酸化物が堆積するのを抑制することが困難になる。一方、気体の導入量が160000容量部より多くても、得られるセラミックスの密度を高めることが困難となる。導入量が多くなると大型の空気供給装置が必要となる。なお、無機酸化物の導入量は、乾式粉碎機の粉碎室内に導入した該無機酸化物の重量とその密度から算出した体積で表し、気体の導入量は標準状態（ 0°C 、1気圧）における体積で表す。

【0010】

本発明に用いる乾式粉碎機としては、例えば、「化学工学協会編：化学工学便覧、改訂五版、826～838頁、丸善発行」に記載の分類による転動ボールミル、振動ボールミル、遊星ボールミル、攪拌ミル等が挙げられる。中でも攪拌ミルの適用が推奨される。市販の攪拌ミルとしては、例えば、乾式連続型超微粉碎機（商品名：ダイナミックミルMYD25-XA型、三井鉱山製）がある。乾式粉碎機は、粉碎媒体を入れた粉碎室と、該粉碎室に無機酸化物を導入するための導入口および無機酸化物粉末を排出するための排出口とを備えることに加え、空気圧縮機または空気ポンプのような空気供給装置が配管を介して粉碎室に接続されており気体を粉碎室内へ定量的に導入するための機構を有するものであることが好ましい。市販の粉碎機を用いるときには必要に応じて気体を粉碎室内に導入するための導入口や定量的に供給する装置を設けることが好ましい。粉碎室内への気体の導入は、粉碎室内の無機酸化物の流れと気体の流れとが並流または向流になるように導入位置を決めて行うことができ、中でも粉碎室内の無機酸化物の流れと気体の流れとが並流となるようにして行うことが好ましい。粉碎室に入れられる粉碎媒体の形状、充填率は無機酸化物の種類や粉碎機の種類により異なり一義的ではないが、通常、直径が1mm以上、さらには5mm以上、また50mm

m以下、さらには30mm以下の球形が好ましく、充填率は粉碎室内容積に対して30%以上、さらには50%以上、また95%以下、さらには90%以下であることが好ましい。

【0011】

乾式粉碎機の粉碎室内に導入された無機酸化物は、粉碎室内で粉碎される。粉碎は、通常40℃以上、さらには100℃以上、また300℃以下、さらには250℃以下の温度で行われることが好ましい。粉碎では少量の水、アルコールまたは脂肪族系有機化合物等を添加して行ってもよい。これらの量は無機酸化物に対し通常約2重量%以下、好ましくは約1重量%以下である。水、アルコール、脂肪族系有機化合物またはそれらの気化したものが粉碎助剤として作用し、粗粒を低減した無機酸化物粉末の製造が可能となる。

【0012】

粉碎された無機酸化物粉末は、通常、乾式粉碎機の粉碎室に設けられた排出口から排出され、回収される。このようにして得られる無機酸化物粉末は金型に入れられ、一軸プレス機または静水圧プレス機等で成形された後、高温で焼結せられて高密度のセラミックスとなる。

【0013】

【実施例】

以下、本発明を実施例により説明するが、本発明はかかる実施例により制限を受けるものではない。

実施例1

乾式攪拌ミル（商品名：ダイナミックミルMYD-25XA型、三井鉱山製）の内容積 25 dm^3 の粉碎室に $5\text{ mm}\phi$ アルミナ製ボールを粉碎室内容積に対し充填率が75%となるように入れた。この乾式攪拌ミルの粉碎室に、空気供給装置により供給される露点 -30°C 以下で室温の空気を空気供給装置と粉碎室とを接続する配管を介して $1\text{ Nm}^3/\text{h}$ で連続導入しながら、BET比表面積 $8.5\text{ m}^2/\text{g}$ 、密度 3.99 g/cm^3 の酸化アルミニウムを 15 kg/h で連続導入し粉碎して、酸化アルミニウム粉末を得た。このときの空気の導入量は、酸化アルミニウム100容量部に対し標準状態で26600容量部であった。粉碎室内

の温度は 2 0 0 °C であった。

【 0 0 1 4 】

内径 2 0 mm のゴム製円筒金型に上で得られた酸化アルミニウム粉末 2 g を入れ 1 0 0 0 k g f / c m ² (9 8 M P a) の静水圧プレスで成形した後、 1 4 5 0 °C の空气中で 2 時間焼結してアルミナセラミックスを得た。得られたアルミナセラミックスの密度を水中アルキメデス法により測定した結果、 3 . 9 6 g / c m ³ であった。

【 0 0 1 5 】

実施例 2

実施例 1 において、空気の導入量を酸化アルミニウム 1 0 0 容量部あたり 2 6 6 0 0 容量部から 9 0 9 0 0 容量部となるように変えた以外は同様にして行った。得られたアルミナセラミックスの密度は 3 . 9 5 g / c m ³ であった。

【 0 0 1 6 】

比較例 1

実施例 1 において、空気の導入量を酸化アルミニウム 1 0 0 容量部あたり 2 6 6 0 0 容量部から 2 1 0 0 0 容量部となるように変えた以外は同様にして行った。得られたアルミナセラミックスの密度は 3 . 9 3 g / c m ³ であった。

【 0 0 1 7 】

【発明の効果】

本発明によれば、高密度セラミックスの原料として好適な無機酸化物粉末を連続して得ることができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高密度セラミックスの原料として好適な無機酸化物粉末を連続して製造することができる方法を提供する。

【解決手段】 無機酸化物 1 0 0 容量部と空気および窒素から選ばれる気体 2 5 0 0 0 ~ 1 6 0 0 0 0 容量部とを乾式粉碎機の粉碎室内に連続導入して粉碎することを特徴とする無機酸化物粉末の製造方法。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002093]

1. 変更年月日	1990年 8月28日
[変更理由]	新規登録
住 所	大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号
氏 名	住友化学工業株式会社